

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-279142

(43)Date of publication of application : 10.10.2001

(51)Int.Cl. C09D 11/00
B41J 2/01
B41M 5/00

(21)Application number : 2000-095678 (71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.2000 (72)Inventor : NISHIDA NOBUHIRO

(54) INK COMPOSITION FOR INK JET AND INK JET RECORDING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To eliminate the conventional defects of an aqueous ink for ink jet which is excellent in handleability, odor characteristics, and safeness by using an aqueous dispersion ink of an oil-soluble dye wherein water resistance and light resistance are compatible.

SOLUTION: This ink composition is prepared by emulsifying an oil phase comprising an organic solvent having a boiling point of 150° C or higher and a dye dissolved therein in an aqueous medium and adjusting the static surface tension at 25° C to 20-50 mN/m.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.09.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 4011823

[Date of registration] 14.09.2007

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-279142

(P2001-279142A)

(43)公開日 平成13年10月10日 (2001.10.10)

(51) Int.Cl.⁷
C 0 9 D 11/00
B 4 1 J 2/01
B 4 1 M 5/00

識別記号

F I
C 0 9 D 11/00
B 4 1 M 5/00
B 4 1 J 3/04

テマコート⁸(参考)
2 C 0 5 6
E 2 H 0 8 6
1 0 1 Y 4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 29 頁)

(21)出願番号 特願2000-95678(P2000-95678)

(22)出願日 平成12年3月30日 (2000.3.30)

(71)出願人 000005201
富士写真フィルム株式会社
神奈川県南足柄市中沼210番地
(72)発明者 西田 伸洋
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内
(74)代理人 100074675
弁理士 柳川 泰男
F ターム(参考) 20056 EA13 FA03 FA04 FA07 FC02
FC06
2H086 BA52 BA53 BA59 BA60
4J039 AE07 BC12 BE02 CA06 GA24

(54)【発明の名称】 インクジェット用インク組成物およびインクジェット記録方法

(57)【要約】

【課題】 取り扱い性、臭気、安全性に優れた水性インクにおいて、耐水性と耐光性を両立させた油溶性染料の水性分散インクを用い、このインクの従来の欠点を解消する。

【解決手段】 沸点が150°C以上である有機溶媒に染料が溶解している油相を水性媒体中に乳化させ、25°Cにおける静的表面張力を20乃至50mN/mに調整する。

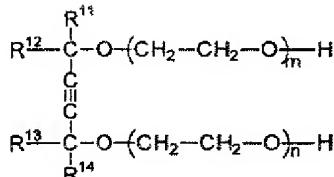
物。

(3) 下記式(1)で表される化合物を含む(1)に記載のインクジェット用インク組成物:

【0006】

【化3】

(1)



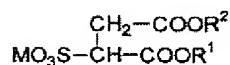
【0007】 [式中、R¹¹、R¹²、R¹³およびR¹⁴は、それぞれ独立に、炭素原子数が1乃至6のアルキル基であり；そして、nおよびmは、それらの和が0～30である]。

(4) 下記式(II)で表される化合物を含む(1)に記載のインクジェット用インク組成物:

【0008】

【化4】

(1)



【0009】 [式中、R¹およびR²は、それぞれ独立に、アルキル基、置換アルキル基、アリール基または置換アリール基であり；そして、Mは、カチオンである]。

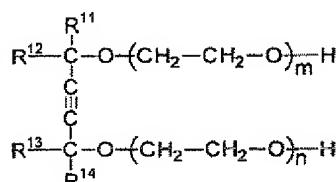
(5) 支持体上に白色無機顔料粒子を含有する受像層を有する受像材料に、インク滴を記録信号に応じて吐出させ、受像材料に画像を記録するインクジェット記録方法であって、インク滴が、(1)～(4)のいずれか一つに記載のインク組成物からなることをことを特徴とするインクジェット記録方法。

【0010】

【発明の実施の形態】インクジェット用インク組成物は、油相が液滴(油滴)として水性媒体中に乳化している乳化物の状態である。水性媒体は、水または水と少量の水混和性有機溶剤との混合物を意味する。水性媒体は、必要に応じて、界面活性剤、潤滑剤、安定剤あるいは防腐剤のような添加剤を含むことができる。

*40

(1)



【0015】式(1)において、R¹¹、R¹²、R¹³およびR¹⁴は、それぞれ独立に、炭素原子数が1乃至6のアルキル基である。アルキル基は、分岐を有していてもよ

* 【0011】インクジェット用インク組成物の25℃における静的表面張力は、20乃至50mN/mである。静的表面張力は、20乃至40mN/mであることが好ましい。静的表面張力が50mN/mを超えると、吐出するインクの濡れ性、浸透性および速乾性が不適格となり、混色時(にじみ、ひげ)により印字品質が著しく低下する。なお、有機溶媒の物理的性質から、インク組成物の静的表面張力を20mN/m未満にすることは非常に困難である。インクジェット用インク組成物の25℃

10における動的表面張力は、20乃至50mN/mであることが好ましく、20乃至40mN/mであることがさらに好ましい。動的表面張力が50mN/mを超えると、吐出するインクの濡れ性、浸透性および速乾性が不適格となり、混色時(にじみ、ひげ)により印字品質が著しく低下する。なお、高沸点有機溶媒の物理的性質から、インク組成物の動的表面張力を20mN/m未満にすることは非常に困難である。

【0012】表面張力の測定法(振動ジェット法、メニスカス落法、最大泡圧法)については、例えば「新実

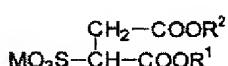
20験化学講座、第18巻、界面とコロイド」((株)丸善、p.p. 69～90(1977))に記載がある。液膜破壊法については、特開平3-20640号公報に記載がある。動的表面張力は、バブルプレッシャー差圧法により測定することが好ましい。バブルプレッシャー差圧法では、攪拌して均一となった溶液中で気泡を生成すると新たな気-液界面が生成され、溶液中の界面活性剤分子が水の表面に一定速度で集まつてくる現象を利用する。バブルレート(気泡の生成速度)を変化させたとき、生成速度が遅くなればより多くの界面活性剤分子が泡の表面に集まつてくるため、泡がはじける直前の最大泡圧が小さくなり、バブルレートに対する最大泡圧(表面張力)が検出できる。大小2本のプローブを用いて溶液中で気泡を生成させ、2プローブの最大泡圧状態での差圧を測定し、動的表面張力を算出する。

【0013】インク組成物の表面張力は、界面活性剤を用いて調整できる。下記式(I)または(II)で表される界面活性剤を用いることが好ましい。

【0014】

【化5】

(1)



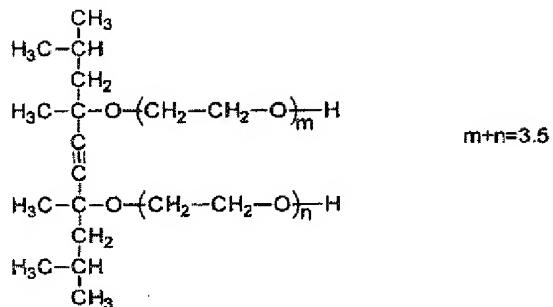
い。式(1)において、nおよびmは、それらの和が0～30である。

【0016】式(1)で表される化合物は、界面活性剤

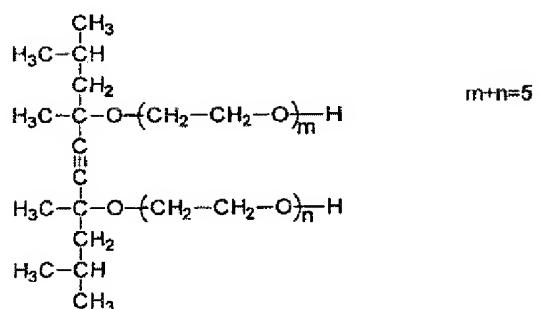
として市販されている（オルフィンY、サーフィノール82、サーフィノール440、サーフィノール465、サーフィノール485、Air Products and Chemicals, Inc. 製）。以下に、式*

* (1) で表される化合物の例を示す。
【0017】
【化6】

(1)-1

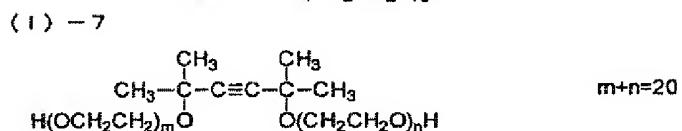
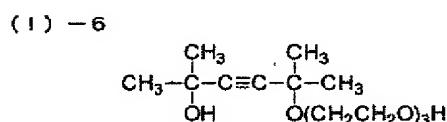
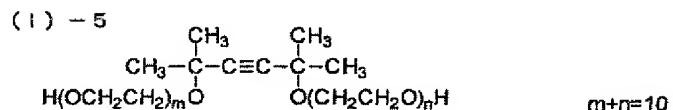
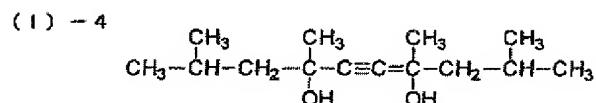
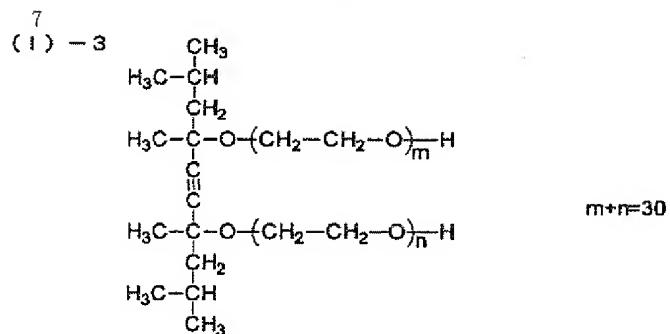


(1)-2



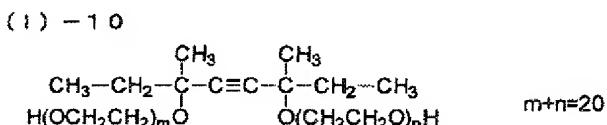
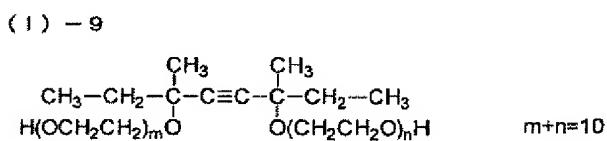
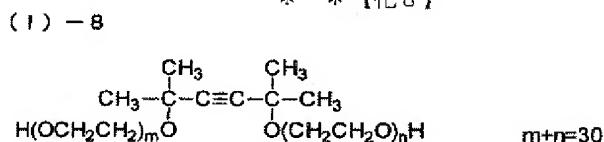
【0018】

【化7】



【0019】

* * 【化8】



【0020】式(II)において、 R^1 および R^2 は、それぞれ独立に、アルキル基、置換アルキル基、アリール基または置換アリール基である。 R^1 および R^2 は、それぞれ独立に、炭素原子数が1乃至30のアルキル基、炭素原子数が1乃至30の置換アルキル基、炭素原子数が6乃至24のアリール基または炭素原子数が6乃至30の置換アリール基であることが好ましい。アルキル基および置換アルキル基は、分岐を有していてもよい。置

換アルキル基の置換基の例には、ハロゲン原子、アルコキシ基、アリール基、アシルオキシ基およびアリールオキシ基が含まれる。置換アリール基の置換基の例には、ハロゲン原子、アルキル基およびアルコキシ基が含まれる。

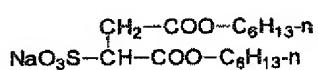
【0021】式(II)において、Mは、カチオンである。カチオンの例には、プロトン、アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオン、アンモニウムイオン、有

9
機カチオンが含まれる。Na⁺、K⁺、Ca²⁺、NH₄⁺、C₂H₅N⁺H₃、HN⁺(C₂H₅)₃、およびHO—CH₂CH₂N⁺H₃が特に好ましい。以下に、式(II)で表される化合物の例を示す。

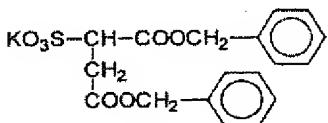
【0022】

【化9】

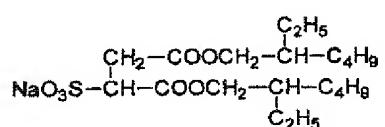
(II)-1



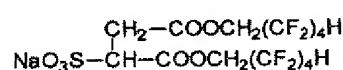
(II)-2



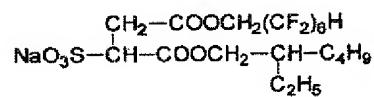
(II)-3



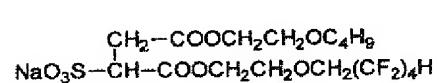
(II)-4



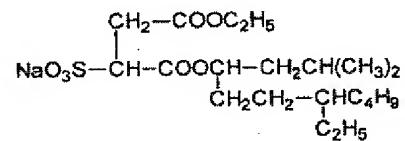
(II)-5



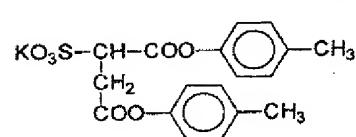
(II)-6



(II)-7



(II)-8



【0023】二種類以上の界面活性剤を併用してもよい。界面活性剤は、インクジェット用インク組成物の0.01乃至20重量%の範囲の量で用いることが好ましく、0.1乃至10重量%の範囲の量で用いることがさらに好ましい。

【0024】油溶性染料は、水に対する溶解度が1重量%以下であることが好ましい。イエロー染料の例には、アリールアゾ染料、ヘテロアリールアゾ染料、アゾメチレン染料、メチレン染料およびキノン染料が含まれる。アリールアゾ染料およびヘテロアリールアゾ染料は、カップ

10
リング成分として、フェノール類、ナフトール類、アニリン類、ピラゾロン類、ピリドン類または閉鎖型活性メチレン化合物を有することができる。アゾメチレン染料は、カップリング成分として、閉鎖型活性メチレン化合物を有することができる。メチレン染料には、ベンジリデン染料およびモノメチレンオキソノール染料が含まれる。キノン染料には、ナフトキノン染料およびアントラキノン染料が含まれる。さらに、キノフタロン染料、ニトロ染料、ニトロソ染料、アクリジン染料およびアクリジノン染料もイエロー染料として用いることができる。クロモフォアの一部が解離することにより、イエローを呈する化合物もイエロー染料として用いることができる。解離のためのカウンターカチオンは、無機カチオン(例、アルカリ金属イオン、アンモニウムイオン)でも、有機のカチオン(例、ピリジニウムイオン、4級アンモニウムイオン)であってもよい。カチオンからなる部分構造を有するポリマーカチオンを、カウンターカチオンとしてもよい。

【0025】マゼンタ染料の例には、アリールアゾ染料、ヘテロアリールアゾ染料、アゾメチレン染料、メチレン染料、カルボニウム染料、キノン染料および縮合多環染料が含まれる。アリールアゾ染料およびヘテロアリールアゾ染料は、カップリング成分として、フェノール類、ナフトール類またはアニリン類を有することができる。アゾメチレン染料は、カップリング成分として、ピラゾロン類またはピラゾロトリアゾール類閉鎖型活性メチレン化合物を有することができる。メチレン染料には、アリーリデン染料、スチリル染料、メロシアニン染料およびオキソノール染料が含まれる。カルボニウム染料には、ジフェニルメタン染料、トリフェニルメタン染料およびキサンテン染料が含まれる。キノン染料には、ナフトキノン染料、アントラキノン染料およびアントラピリドン染料が含まれる。縮合多環染料いは、ジオキサジン染料が含まれる。クロモフォアの一部が解離することにより、マゼンタを呈する化合物もマゼンタ染料として用いることができる。解離のためのカウンターカチオンは、無機カチオン(例、アルカリ金属イオン、アンモニウムイオン)でも、有機のカチオン(例、ピリジニウムイオン、4級アンモニウムイオン)であってもよい。カチオンからなる部分構造を有するポリマーカチオンを、カウンターカチオンとしてもよい。

【0026】シアン染料の例には、アゾメチレン染料、ポリメチレン染料、カルボニウム染料、フタロシアニン染料、アントラキノン染料、アリールアゾ染料、ヘテロアリールアゾ染料、インジゴ染料およびチオインジゴ染料が含まれる。アゾメチレン染料には、インドアニリン染料およびインドフェノール染料が含まれる。ポリメチレン染料には、シアニン染料、オキソノール染料およびメロシアニン染料が含まれる。カルボニウム染料には、ジフェニルメタン染料、トリフェニルメタン染料およびキサン

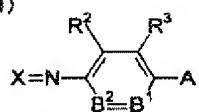
テン染料が含まれる。アリールアゾ染料およびヘテロアリールアゾ染料は、カップリング成分として、フェノール類、ナフトール類またはアニリン類を有することができる。クロモフォアの一部が解離することにより、シアンを呈する化合物もシアン染料として用いることができる。解離のためのカウンターカチオンは、無機カチオン（例、アルカリ金属イオン、アンモニウムイオン）でも、有機のカチオン（例、ピリジニウムイオン、4級アンモニウムイオン）であってもよい。カチオンからなる部分構造を有するポリマーカチオンを、カウンターカチオンとしてもよい。

【0027】写真材料において酸化によりカブラーと現像主薬とから生成する染料は、油溶性染料として有利に用いることができる。カブラーと現像主薬とから生成する染料を、式 (III) で表す。

【0028】

【化10】

(III)



【0029】式中、Xは、カラー写真カブラーの残基であり；Aは $-NR^4R^5$ またはヒドロキシであり； R^4 および R^5 は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基、芳香族基または複素環基であり； B^1 は、 $=C(R^6)$ または $=N-$ であり； B^2 は、 $-C(R^7)$ または $-N=$ であり； R^2 、 R^3 、 R^6 および R^7 は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、脂肪族基、芳香族基、複素環基、シアノ、 $-OR^{51}$ 、 $-SR^{52}$ 、 $-CO$
 $_{2}R^{53}$ 、 $-OCOR^{54}$ 、 $-NR^{55}R^{56}$ 、 $-CONR^{57}R^{58}$ 、 $-SO_2R^{59}$ 、 $-SO_2NR^{60}R^{61}$ 、 $-NR^{62}CONR^{63}R^{64}$ 、 $-NR^{65}CO_2R^{66}$ 、 $-COR^{67}$ 、 $-NR^{68}COR^{69}$ または $-NR^{70}SO_2R^{71}$ であって、 R^{51} 、 R^{52} 、 R^{53} 、 R^{54} 、 R^{55} 、 R^{56} 、 R^{57} 、 R^{58} 、 R^{59} 、 R^{60} 、 R^{61} 、 R^{62} 、 R^{63} 、 R^{64} 、 R^{65} 、 R^{66} 、 R^{67} 、 R^{68} 、 R^{69} 、 R^{70} および R^{71} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基である。

【0030】式 (III) において、Aは $-NR^4R^5$ であることが好ましい。 R^4 および R^5 は、それぞれ独立に、水素原子または脂肪族基であることが好ましく、水素原子、アルキル基または置換アルキル基であることがさらに好ましく、水素原子、炭素原子数が1乃至18のアルキル基または炭素原子数が1乃至18の置換アルキル基であることが最も好ましい。式 (III) において、 B^1 および B^2 の一方が $=C(R^6)$ または $-C(R^7)$ であることが好ましく、 B^1 が $=C(R^6)$ であり、 B^2 が $-C(R^7)$ であることがさらに好ましい。式 (III) において、 R^2 および R^7 は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、脂肪族基、 $-O$

R^{51} 、 $-NR^{62}CONR^{53}R^{64}$ 、 $-NR^{66}CO_2R^{65}$ 、 $-NR^{68}COR^{69}$ または $-NR^{70}SO_2R^{71}$ であることが好ましく、水素原子、フッ素原子、塩素原子、アルキル基、置換アルキル基、 $-NR^{62}CONR^{63}R^{64}$ または $-NR^{68}COR^{69}$ であることがさらに好ましく、水素原子、塩素原子、炭素原子数が1乃至10のアルキル基または炭素原子数が1乃至10の置換アルキル基であることがさらに好ましく、水素原子、炭素原子数が1乃至4のアルキル基、炭素原子数が1乃至4の置換アルキル基であることが最も好ましい。式 (III) において、 R^3 および R^6 は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子または脂肪族基であることが好ましく、水素原子、フッ素原子、塩素原子、アルキル基または置換アルキル基であることがさらに好ましく、水素原子、塩素原子、炭素原子数が1乃至10のアルキル基、炭素原子数が1乃至4の置換アルキル基であることが最も好ましい。

20 【0031】式 (III) において R^2 と R^3 、 R^3 と R^4 、 R^4 と R^5 、 R^5 と R^6 または R^6 と R^7 は互いに結合して環を形成できる。環を形成する組み合わせは R^3 と R^4 、 R^4 と R^5 または R^5 と R^6 であることが好ましい。 R^2 と R^3 または R^6 と R^7 が互いに結合して形成する環は、5員環または6員環であることが好ましい。環は芳香族環（例、ベンゼン環）または不飽和複素環（例、ピリジン環、イミダゾール環、チアゾール環、ピリミジン環、ピロール環、フラン環）であることが好ましい。 R^3 と R^4 または R^5 と R^6 が互いに結合して形成する環は、5員環または6員環であることが好ましい。環の例にはテトラヒドロキノリン環およびジヒドロインドール環が含まれる。 R^4 と R^5 が互いに結合して形成する環は5員環または6員環であることが好ましい。環の例にはピロリジン環、ピペリジン環およびモルホリン環が含まれる。

30 【0032】本明細書において、脂肪族基はアルキル基、置換アルキル基、アルケニル基、置換アルケニル基、アルキニル基、置換アルキニル基、アラルキル基および置換アラルキル基を意味する。アルキル基は分岐を有してもよい。また、アルキル基は環を形成してもよい。アルキル基の炭素原子数は、1乃至20であることが好ましく、1乃至18であることがさらに好ましい。置換アルキル基のアルキル部分は、上記アルキル基と同様である。アルケニル基は分岐を有してもよい。また、アルケニル基は環を形成してもよい。アルケニル基の炭素原子数は、2乃至20であることが好ましく、2乃至18であることがさらに好ましい。置換アルケニル基のアルケニル部分は、上記アルケニル基と同様である。アルキニル基は分岐を有してもよい。また、アルキニル基は環を形成してもよい。アルキ

ニル基の炭素原子数は、2乃至20であることが好ましく、2乃至18であることがさらに好ましい。置換アルキニル基のアルキニル部分は、上記アルキニル基と同様である。

アラルキル基および置換アラルキル基のアルキル部分は、上記アルキル基と同様である。アラルキル基および置換アラルキル基のアリール部分は下記アリール基と同様である。置換アルキル基、置換アルケニル基、置換アルキニル基および置換アラルキル基のアルキル部分の置換基の例には、ハロゲン原子、シアノ、ニトロ、複素環基、 $-\text{OR}^{111}$ 、 $-\text{SR}^{112}$ 、 $-\text{COOR}^{113}$ 、 $-\text{NR}^{114}$
 R^{115} 、 $-\text{CONR}^{116}$ R^{117} 、 $-\text{SO}_2\text{R}^{118}$ および $-\text{SO}_2\text{NR}^{119}$ R^{120} が含まれる。 R^{111} 、 R^{112} 、 R^{113} 、 R^{114} 、 R^{115} 、 R^{116} 、 R^{117} 、 R^{118} 、 R^{119} および R^{120} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基である。置換アルキル基のアリール部分の置換基の例は、下記置換アリール基の置換基の例と同様である。

【0033】本明細書において、芳香族基はアリール基および置換アリール基を意味する。アリール基は、フェニルまたはナフチルであることが好ましく、フェニルが特に好ましい。置換アリール基のアリール部分は、上記アリール基と同様である。置換アリール基の置換基の例にはハロゲン原子、シアノ、ニトロ、脂肪族基、複素環基、 $-\text{OR}^{121}$ 、 $-\text{SR}^{122}$ 、 $-\text{COOR}^{123}$ 、 $-\text{NR}^{124}$
 R^{125} 、 $-\text{CONR}^{126}$ R^{127} 、 $-\text{SO}_2\text{R}^{128}$ および $-\text{SO}_2\text{NR}^{129}$ R^{130} が含まれる。 R^{121} 、 R^{122} 、 R^{123} 、 R^{124} 、 R^{125} 、 R^{126} 、 R^{127} 、 R^{128} 、 R^{129} および R^{130} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基である。

【0034】本明細書において、複素環基は、5員または6員の飽和または不飽和複素環を含むことが好ましい。複素環に、脂肪族環、芳香族環または他の複素環が縮合していくてもよい。複素環のヘテロ原子の例にはB、N、O、S、SeおよびTeが含まれる。ヘテロ原子としてはN、OおよびSが好ましい。複素環は、炭素原子が遊離の原子価（一価）を有する（複素環基は炭素原子において結合する）ことが好ましい。飽和複素環の例には、ピロリジン環、モルホリン環、2-ボラー-1,3-ジオキソラン環および1,3-チアゾリジン環が含まれる。不飽和複素環の例には、イミダゾール環、チアゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンゾオキサゾール環、ベンゾトリアゾール環、ベンゾセレナゾール環、ピリジン環、ピリミジン環およびキノリン環が含まれる。複素環基は置換基を有していくてもよい。置換基の例にはハロゲン原子、シアノ、ニトロ、脂肪族基、芳香族基、複素環基、 $-\text{OR}^{131}$ 、 $-\text{SR}^{132}$ 、 $-\text{COOR}^{133}$ 、 $-\text{NR}^{134}$
 R^{135} 、 $-\text{CONR}^{136}$ R^{137} 、 $-\text{SO}_2\text{R}^{138}$ および $-\text{SO}_2\text{NR}^{139}$ R^{140} が含まれる。 R^{131} 、 R^{132} 、 R^{133} 、 R^{134} 、 R^{135} 、 R^{136} 、 R^{137} 、 R^{138} 、 R^{139} 、 R^{140} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基である。

R^{136} 、 R^{139} および R^{140} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基である。

【0035】式（III）におけるXは、公知のカーラ写真カプラーから得られる。イエローカプラーについては、米国特許3933501号、同3973968号、同4022620号、同4248961号、同4314023号、同4326024号、同4401752号、同4511649号、同4476219号（カラム7の36～58行の式（II）～（IV）で表わされるカプラー、特にカラム17のII-17、II-19、カラム19のII-24）、同5066576号（カラム1の45～55行の式（I）で表わされるカプラー）、英国特許1425020号、同1476760号、欧州特許249473A号、同502424A号（式（I）、（II）で表わされるカプラー）、同513496A号（式（1）、

（2）で表わされるカプラー、特に18頁のY-28）、同568037A号（クレーム1の式（I）で表わされるカプラー）、同498381A1号（40頁のクレーム1に記載のカプラー、特に18頁のD-35）、同447,969A1号（4頁の式（Y）で表わされるカプラー、特に17頁のY-1、41頁のY-54）の各明細書、および特公昭58-10739号、特開平4-274425号（段落番号0008の式（I）で表わされるカプラー）に記載がある。

【0036】マゼンタカプラーについては、米国特許3061432号、同3725067号、同4310619号、同4351897号、同4500630号、同4540654号、同4556630号、欧州特許73636号、同456257号（134頁の【A-4】-63、139頁の【A-4】-73、【A-4】-75）、同486965号（26頁のM-4、M-6、27頁のM-7）、同571959A号（19頁のM-45）、国際公開WO88/04795号の各明細書、特開55-118034号、同60-33552号、同60-35730号、同60-43659号、同60-185951号、同61-72238号、特開平3-39737号（11頁右下欄のL-57、12頁右下欄のL-68、13頁右下欄のL-77）、同4-362631号（段落番号0237のM-22）、同5-204106号（6頁のM-1）の各公報、およびリサーチ・ディスクロージャーNo. 24220（1984年6月）、同No. 24230（1984年6月）に記載がある。

【0037】シアノカプラーについては、米国特許4052212号、同4146396号、同4228233号、同4296200号、欧州特許73636号の各明細書、特開平4-43345号（35頁のC-7、C-10、37頁のC-34、C-35、42～43頁のI-1、I-17）、同4-204843号（14～16頁のCX-1、3、4、5、11、12、14、1

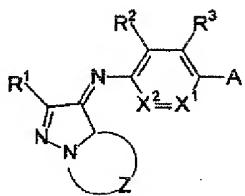
5)、同6-67385号(請求項1の式(Ia)または(Ib)で表わされるカプラー)の各公報に記載がある。カプラーについては、特開昭62-215272号(91頁)、特開平2-33144号(3頁、30頁)の各公報、欧州特許355660A号(4頁、5頁、45頁、47頁)にも記載がある。

【0038】下記式(IV)で表わされるアゾメチレン化合物は、マゼンタ染料として好ましく用いることができる。

[0039]

[化王]

(14)



〔0040〕式中、R¹ は、水素原子、脂肪族基、芳香族基、複素環基、シアノ、-OR¹¹、-SR¹²、-COOR¹³、-OCOR¹⁴、-NR¹⁵R¹⁶、-CONR¹⁷R¹⁸、-SO₂R¹⁹、-SO₂NR²⁰R²¹、-NR²²CO NR²³R²⁴、-NR²⁵COOR²⁶、-COR²⁷、-NR²⁸COR²⁹ または-NR³⁰SO₂R³¹ であつて、R¹¹、R¹²、R¹³、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶、R¹⁷、R¹⁸、R¹⁹、R²⁰、R²¹、R²²、R²³、R²⁴、R²⁵、R²⁶、R²⁷、R²⁸、R²⁹、R³⁰ およびR³¹ は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基であり；Aは、-NR⁴R⁵ またはヒドロキシであつて、R⁴ およびR⁵ は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基、芳香族基または複素環基であり；X¹ は、=C(R⁶) または=N- であり；X² は、-C(R⁷)= または-N= であり；R²、R³、R⁶ およびR⁷ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、脂肪族基、芳香族基、複素環基、シアノ、-OR⁵¹、-SR⁵²、-COOR⁵³、-OCOR⁵⁴、-NR⁵⁵R⁵⁶、-CONR⁵⁷R⁵⁸、-SO₂R⁵⁹、-SO₂NR⁶⁰R⁶¹、-NR⁶²CONR⁶³R⁶⁴、-NR⁶⁵COOR⁶⁶、-COR⁶⁷、-NR⁶⁸COR⁶⁹ または-NR⁷⁰SO₂R⁷¹ であつて、R⁵¹、R⁵²、R⁵³、R⁵⁴、R⁵⁵、R⁵⁶、R⁵⁷、R⁵⁸、R⁵⁹、R⁶⁰、R⁶¹、R⁶²、R⁶³、R⁶⁴、R⁶⁵、R⁶⁶、R⁶⁷、R⁶⁸、R⁶⁹、R⁷⁰ およびR¹¹ は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基であり、R² とR³、R² とR⁴、R¹ とR⁵、R³ とR⁶ およびR⁷ とR¹¹ は、互いに結合して環を形成してもよく；Zは、5員または6員の含窒素複素環を形成する原子群であつて、含窒素複素環は脂肪族基、芳香族基、複素環基、シアノ、-OR⁸¹、-SR⁸²、-COOR⁸³、-OCOR⁸⁴、-NR⁸⁵R⁸⁶、-CONR⁸⁷R⁸⁸、-SO₂R⁸⁹、-SO₂NR⁹⁰R⁹¹、-NR⁹²CONR⁹³R⁹⁴、-NR⁹⁵COOR⁹⁶、-COR⁹⁷、-NC

$R^{93}COR^{99}$ または $-NR^{100}SO_2R^{101}$ により置換されいてもよく、 R^{81} 、 R^{82} 、 R^{83} 、 R^{84} 、 R^{85} 、 R^{86} 、 R^{87} 、 R^{88} 、 R^{89} 、 R^{90} 、 R^{91} 、 R^{92} 、 R^{93} 、 R^{94} 、 R^{95} 、 R^{96} 、 R^{97} 、 R^{98} 、 R^{99} 、 R^{100} および R^{101} は、それぞれ独立に、水素原子、脂肪族基または芳香族基であり、含窒素複素環は別の環と縮合環を形成してもよい。

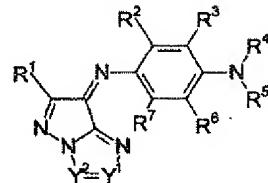
【0041】式(IV)において、Aは、 $-NR^1R^2$ であることが好ましい。式(IV)において、 R^1 は、水素原子、脂肪族基、芳香族基、 $-OR^{11}$ 、 $-SR^{12}$ 、 $-NR^{13}R^{14}$ 、 $-SO_2R^{15}$ 、 $-NR^{16}CONR^{17}R^{18}$ 、 $-NR^{19}COOR^{20}$ 、 $-NR^{21}COR^{22}$ または $-NR^{23}O_2R^{24}$ であることが好ましく、水素原子、脂肪族基、芳香族基、 $-OR^{11}$ または $-NR^{15}R^{16}$ であることがより好ましく、水素原子、アルキル基、置換アルキル基、アリール基、置換アリール基、アルコキシ基、置換アルコキシ基、フェノキシ基、置換フェノキシ基、ジアルキルアミノ基または置換ジアルキルアミノ基であることがさらに好ましく、水素原子、炭素原子数が1乃至10のアルキル基、炭素原子数が1乃至10の置換アルキル基、炭素原子数6乃至10のアリール基または炭素原子数6乃至10の置換アリール基であることがさらにまた好ましく、水素原子、炭素原子数が1乃至6のアルキル基または炭素原子数が1乃至6の置換アルキル基であることが最も好ましい。式(IV)において、Zは、5員の含窒素複素環を形成することが好ましい。5員の含窒素複素環の例には、イミダゾール環、トリアゾール環およびテトラゾール環が含まれる。

【0042】式(V)で表わされるピラゾロアゾールアゾメチン化合物が、さらに好ましい。

[0043]

〔化 1 2〕

14

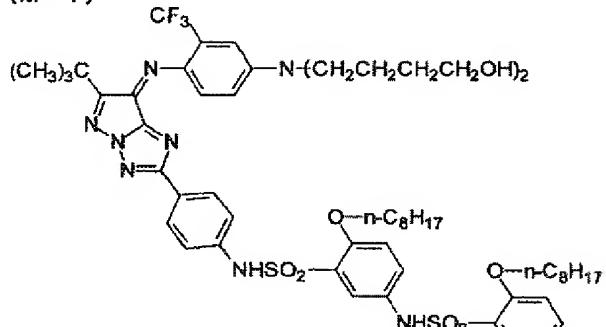


40 【0044】式(V)において、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 および R^7 は、式(IV)における定義と同様である。式(V)において、 Y^1 および Y^2 の一方は $-C(R^8)$ であり、他方は $-N=$ であって、 R^8 は水素原子、脂肪族基または芳香族基である。式(V)において、 Y^1 が $-C(R^8)$ であり、 Y^2 が $-N=$ であることが特に好ましい。

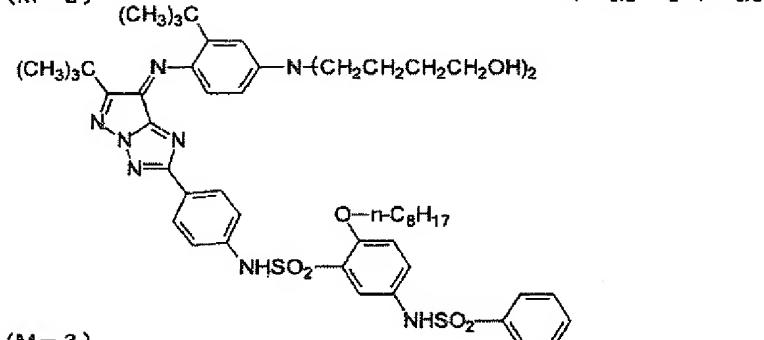
【0045】式(V)において、R⁸は水素原子、脂肪族基または芳香族基である。R⁹は水素原子、アルキル基、置換アルキル基、アリール基または置換アリール基であることが好ましく、水素原子、炭素原子数が1乃至50 150の置換アルキル基または炭素原子数が6乃至150

0の置換アリール基であることがさらに好ましく、炭素原子数が1乃至100の置換アルキル基または炭素原子数が6乃至100の置換アリール基であることが最も好ましい。

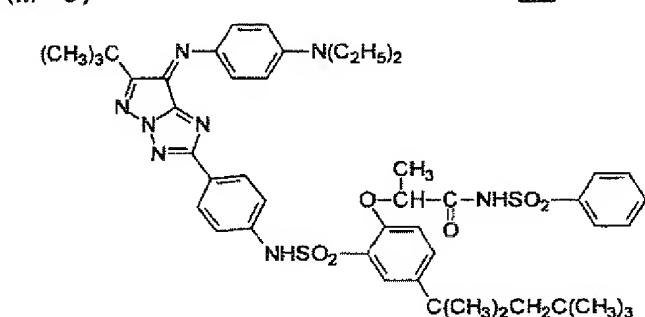
(M-1)



(M-2)



(M-3)



* 【0046】以下に、式(IV)で表わされるアゾメチン染料の例を挙げる。

【0047】

* 【化13】

【0048】

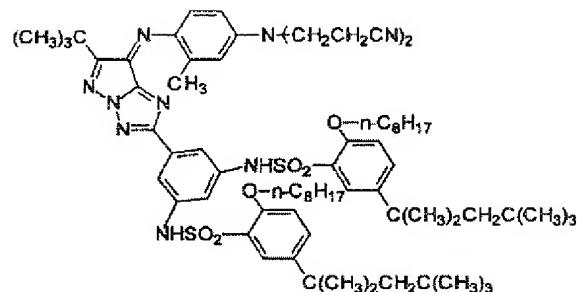
【化14】

(11)

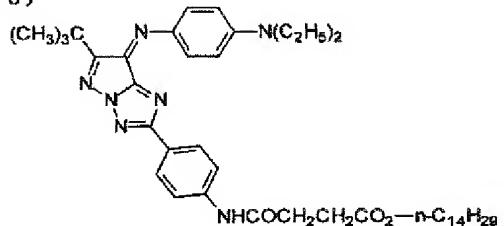
特開2001-279142

(M-4)¹⁹

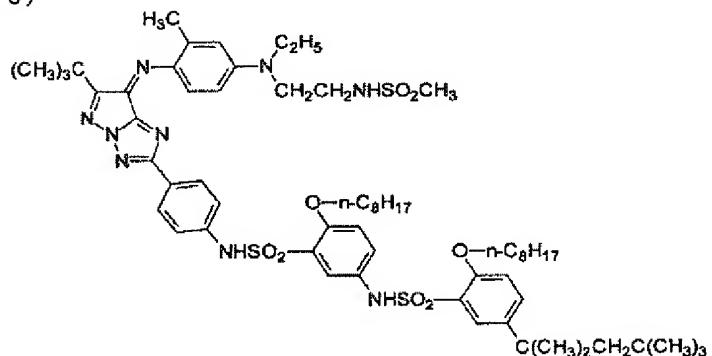
20



(M-5)

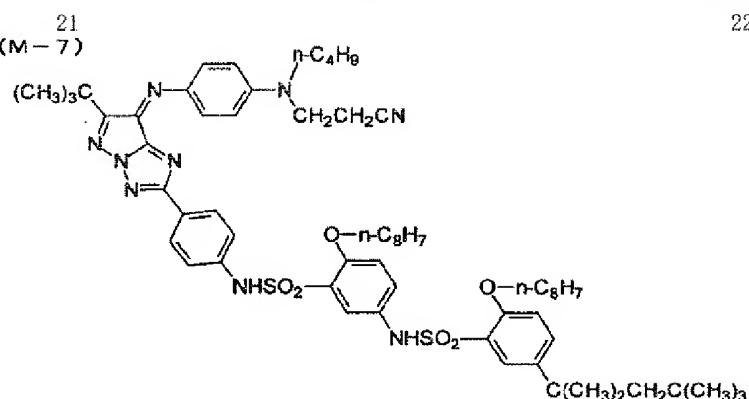


(M-6)

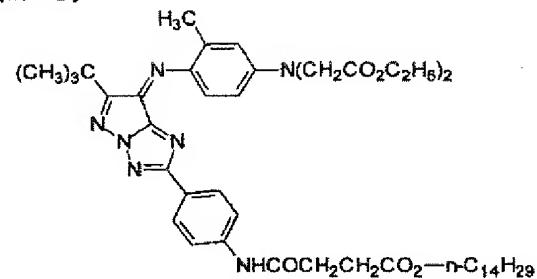


【0049】

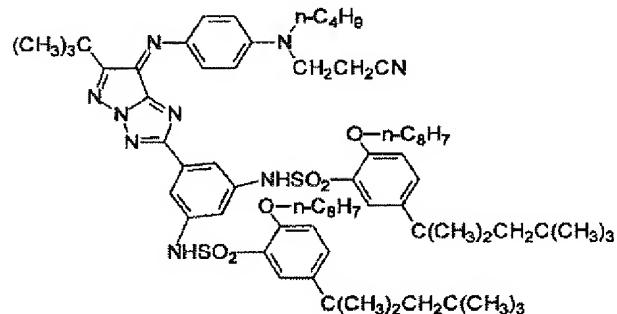
【化15】

(M-7)²¹

(M-8)



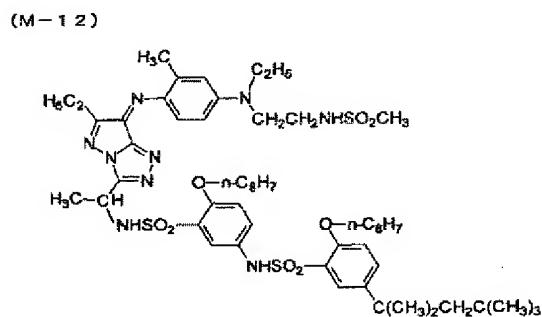
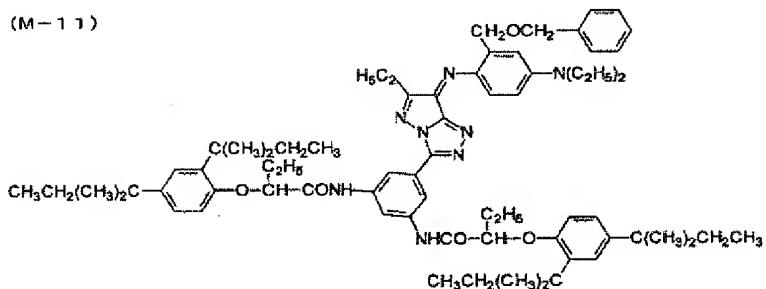
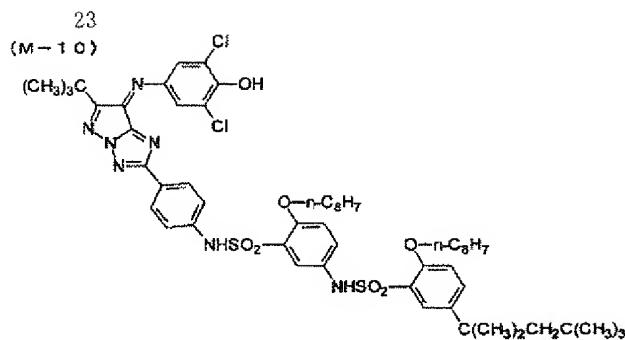
(M-9)



【0050】

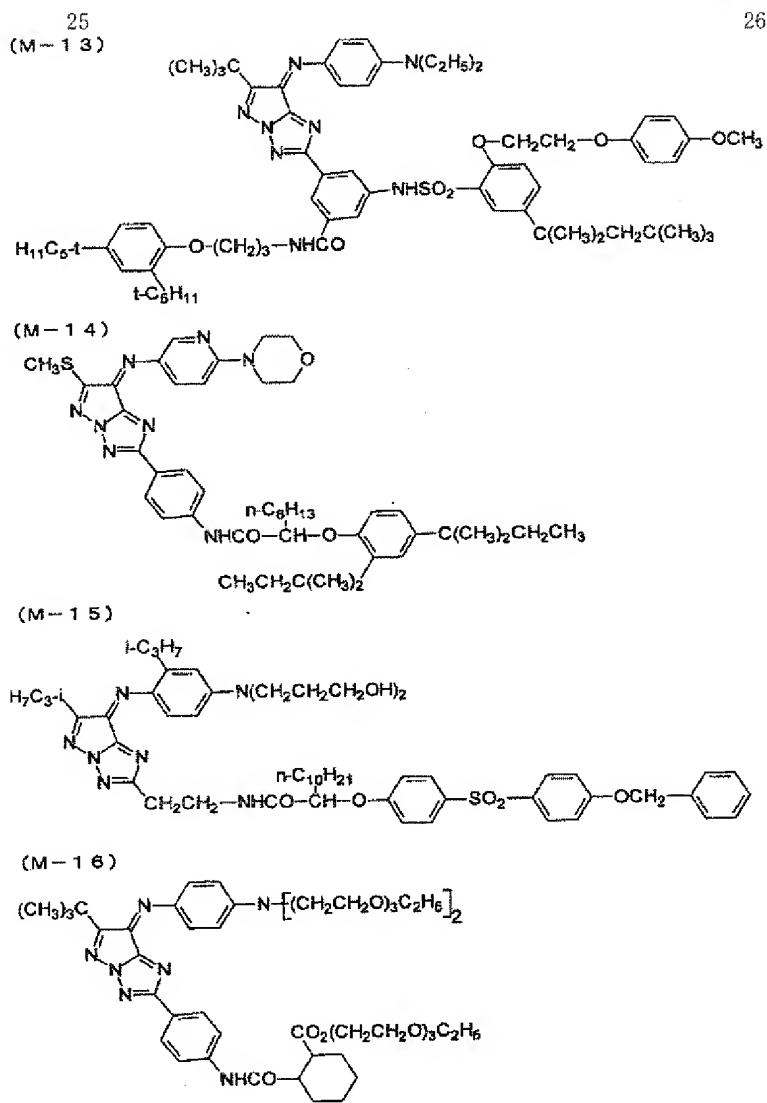
【化16】

24



【0051】

30 【化17】



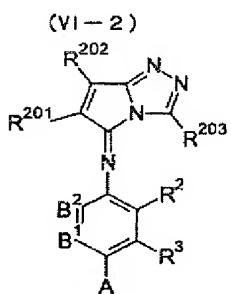
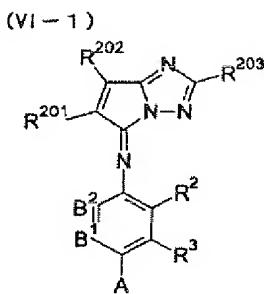
【0052】式(1)で表わされるアゾメチン染料は、
特開平4-126772号、特公平7-94180号公
報に記載された方法を参考にして合成するこ
とができる。

【0053】下記式(VI-1)～(VI-4)で表わされ
るピロロトリアゾールアゾメチン化合物は、シアン染料
として特に好ましく用いられる。

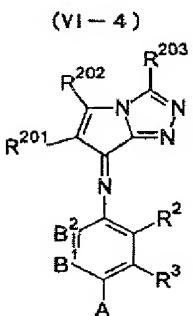
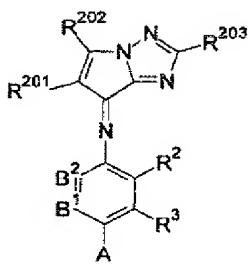
【0054】

【化18】

27



(VI - 3)



〔0055〕式中、 A 、 R^2 、 R^3 、 B' および B は、式 (III) における A 、 R^2 、 R^3 、 B' および B と同じ定義を有する。 A 、 R^2 、 R^3 、 B' および B の例も式 (III) と同様である。 R^{201} 、 R^{202} および R^{203} は、それぞれ独立に、式 (IV) における R' と同じ定義を有する。 R^{201} と R^{202} とは、互いに結合して、環を形成してもよい。

【0056】式(VI-1)～(VI-4)のR²⁰¹が、ハメット置換基定数(σ_α値)が0.30以上である電子吸引性基であると、染料としての吸収がシャープになる。R²⁰¹およびR²⁰²のハメット置換基定数(σ_α値)の和が0.70以上であると、シアンとして優れた色相を呈する。

【0057】 R^{201} 、 R^{202} 、 R^{203} および R^2 、 R^3 、 A、 B¹ および B² の選択によって、色相が異なる染料が得られる。 R^{201} が電子吸引性の置換基であると、吸収波形がシャープになる。そのため、 R^{201} はアルキル基やアリール基よりも、ハメット置換基定数 (σ 値) が 0.30 以上の電子吸引性基であることが好ましい。 R^{201} は、ハメット置換基定数 (σ 値) が 0.45 以上の電子吸引性基であることがさらに好ましく、0.60 以上の電子吸引性基が最も好ましい。

【0058】式(VI-1)および(VI-2)で表わされるピロロトリアゾールアゾメチン化合物は、マゼンタ染料として用いることもできる。シアノ染料として用いる場合は、R²⁰¹およびR²⁰²のハメット置換基定数(σ_π値)の和が0.70以上であることが好ましい。このσ_π値の和が0.70未満であると、吸収極大波長がシアノ染料としては短波長になり、人間の目には青色に見

28

28

える。 R^{202} のハメット置換基定数 (σ_p 値) は、0.30 以上であることが好ましい。、 R^{201} および R^{202} のハメット置換基定数 (σ_p 値) の和は、2.00 以下であることも好ましい。

【0059】ハメット置換基定数 (σ 。値) が0.30以上の電子吸引性基には、アシル基、アシルオキシ基、カルバモイル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、シアノ、ニトロ、アルキルスルフィニル基、アリールスルフィニル基、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基、スルファモイル基、ハログン化アルキル基、ハログン化アルコキシ基、ハログン化アリールチオ基、 σ 。値が0.15以上の電子吸引性基を二つ以上置換基として有する置換アリール基および複素環基が含まれる。アシル基の例には、アセチルおよび3-フェニルプロパノイルが含まれる。アシルオキシ基の例には、アセトキシが含まれる。カルバモイル基の例には、N-エチルカルバモイル、N,N-ジブチルカルバモイル、N-(2-ドデシルオキシエチル)カルバモイルおよびN-メチル-N-ドデシルカルバモイルが含まれる。アルコキシカルボニル基の例には、メトキシカルボニル、ブチルオキシカルボニル、ドデシルオキシカルボニルおよびオクタデシルオキシカルボニルが含まれる。アリールオキシカルボニル基の例には、フェノキシカルボニルが含まれる。アルキルスルフィニル基の例には、3-フェノキシプロピルスルフィニルが含まれる。アリールスルフィニル基の例には、3-ペニタデシルフェニルスルフィニルが含まれる。アルキルスルホニル基の例には、メタンスルホニルおよびオクタンスルホニルが含まれる。アリールスルホニル基の例には、ベンゼンスルホニルが含まれる。スルファモイル基の例には、N-エチルスルファモイルおよびN,N-ジプロピルスルファモイルが含まれる。ハログン化アルキル基の例には、トリフロロメチルおよびヘptaフロロプロピルが含まれる。ハログン化アルコキシ基の例には、トリフロロメチルオキシが含まれる。ハログン化アリールオキシ基の例には、ペニタフロロフェニルオキシが含まれる。ハログン化アルキルチオ基の例には、ジフロロメチルチオが含まれる。置換アリール基の例には、2,4-ジニトロフェニル、2,4,6-トリクロロフェニルおよびペニタクロロフェニルが含まれる。複素環基の例には、2-ベンゾオキサゾリル、2-ベンゾチアゾリル、1-フェニル-2-ベンズイミダゾリル、5-クロロー-1-テトラゾリル、1-ピロリルが含まれる。

【0060】ハメット置換基定数 (σ_p 値) が 0.45 以上の電子吸引性基には、アシル基（例、アセチル、3-フェニルプロパノイル）、アルコキシカルボニル基（例、メトキシカルボニル）、アリールオキシカルボニル基（例、m-クロロフェノキシカルボニル）、シアノ、ニトロ、アルキルスルフィニル基（例、n-ブロピ

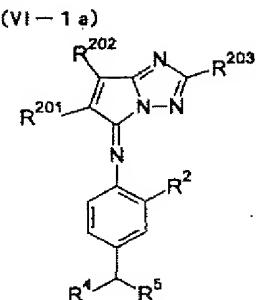
ルスルフィニル)、アリールスルフィニル基(例、フェニルスルフィニル)、アルキルスルホニル基(例、メタシスルホニル、n-オクタンスルホニル)、アリールスルホニル基(例、ベンゼンスルホニル)、スルファモイル基(例、N-エチルスルファモイル、N、N-ジメチルスルファモイル)、ハロゲン化アルキル基(例、トリフロロメチル)が含まれる。ハメット置換基定数(σ_α値)が0.60以上の電子吸引性基には、シアノ(σ_α: 0.66)、ニトロ(0.78)およびメタンスルホニル(0.72)が含まれる。

【0061】R²⁰¹およびR²⁰²のσ_α値の和を0.70以上とするためには、R²⁰¹がシアノ、アルコキシカルボニル基、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基およびハロゲン化アルキル基から選ばれ、R²⁰²がアシル基、アシルオキシ基、カルバモイル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、シアノ、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基、スルファモイル基およびハロゲン化アルキル基から選ばれることが好ましい。

【0062】式(VI-1a)で表わされるピロトリアゾールアゾメチン化合物は、シアン染料として特に好ましく用いられる。

【0063】

【化19】



10

20

30

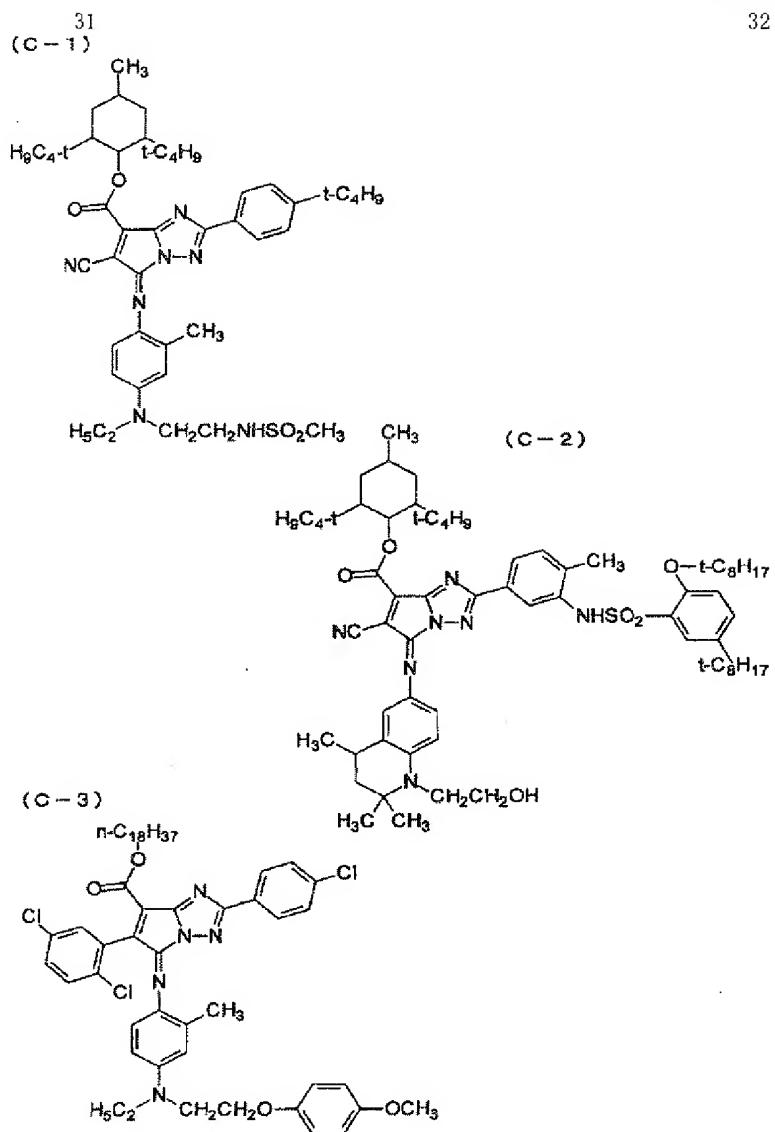
【0064】式中、R²は、水素原子、炭素原子数が1乃至4のアルキル基、炭素原子数が1乃至4の置換アルキル基、炭素原子数が1乃至4のアルコキシ基、ハロゲン原子(フッ素原子、塩素原子、臭素原子)、炭素原子数が1乃至5のアミド基、炭素原子数が1乃至5のウレオイド基または炭素原子数が1乃至5のアルコキシカルボニルアミノ基であり；R⁴およびR⁵は、それぞれ独立に、水素原子、炭素原子数が1乃至18のアルキル基または炭素原子数が1乃至18の置換アルキル基であり；R²⁰¹およびR²⁰²は、それぞれ独立に、ハメット置換基定数(σ_α値)が0.30以上の電子吸引性基であり；R²⁰³は、炭素原子数が1乃至18のアルキル基、炭素原子数が1乃至18の置換アルキル基、炭素原子数が6乃至20のアリール基または炭素原子数が6乃至20の置換アリール基である。

【0065】式(VI-1a)において、R²⁰¹とR²⁰²のハメット置換基定数(σ_α値)の和は、0.70以上であることが好ましく、1.00以上であることがさらに好ましい。式(VI-1a)において、R²は、水素原子またはメチルであることが好ましい。式(VI-1a)において、R⁴およびR⁵は、それぞれ独立に、炭素原子数が1乃至5のアルキル基であることが好ましい。式(VI-1a)において、R²⁰¹は、シアノであることが好ましい。式(VI-1a)において、R²⁰²は、アルコキシカルボニル基であることが好ましい。式(VI-1a)において、R²⁰³は、アリール基であることが好ましい。

【0066】以下に、ピロトリアゾールアゾメチン化合物の例を示す。

【0067】

【化20】

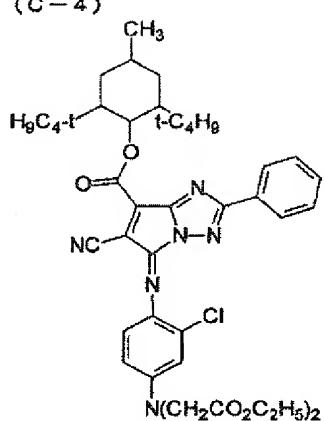


[0068]

【化2 1】

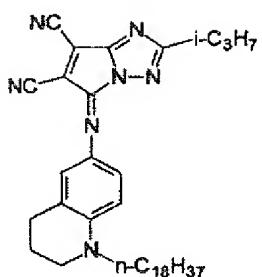
(18)

特開2001-279142

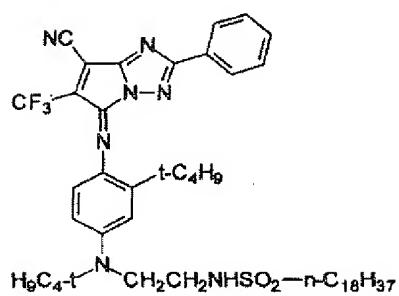
33
(C-4)

(C-5)

34

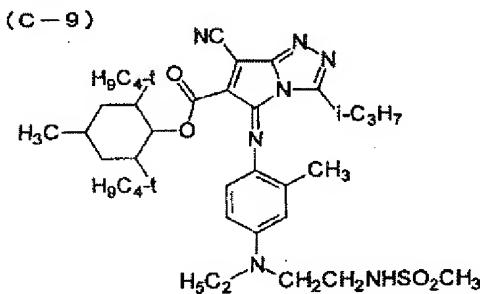
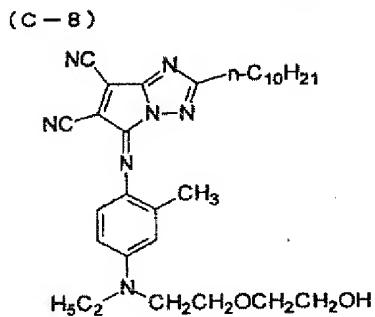
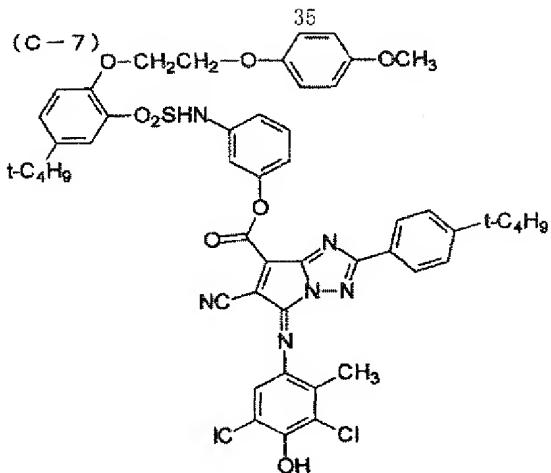


(C-6)



【0069】

【化22】



【0070】式(VI-1)～(VI-4)で表わされるピロトリアゾールアゾメチン化合物は、特開平5-177959号、同9-292679号および同10-62926号の各公報に記載の方法を参考に合成することができる。油溶性染料は、インクジェット用インク組成物の量の0.01乃至50重量%の範囲の量で用いることが好ましく、0.05乃至10重量%の範囲の量で用いることがさらに好ましい。二種類以上の染料を併用してもよい。

【0071】有機溶媒の沸点は、150℃以上である。沸点は、170℃以上であることが好ましい。高沸点有機溶媒の例には、フタール酸エステル(例、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジシクロヘキシルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート、デシルフタレート、ビス(2,4-ジ-tert-アミルフェニル)イソフタレート、ビス(1,1-ジエチルプロピ

ル)フタレート)、リン酸またはホスホンのエステル(例、ジフェニルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、2-エチルヘキシルジフェニルホスフェート、ジオクチルブチルホスフェート、トリシクロヘキシルホスフェート、トリー-2-エチルヘキシルホスフェート、トリドデシルホスフェート、ジ-2-エチルヘキシルフェニルホスフェート)、安息香酸エステル(例、2-エチルヘキシルベンゾエート、2,4-ジクロロベンゾエート、ドデシルベンゾエート、2-エチルヘキシル-p-ヒドロキシベンゾエート)、アミド(例、N,N-ジエチルドデカンアミド、N,N-ジエチルラウリルアミド)、アルコール(例、イソステアリルアルコール)、その他の脂肪酸エステル(例、コハク酸ジブチキシエチル、コハク酸ジ-2-エチルヘキシル、テトラデカン酸2-ヘキシルデシル、クエン酸トリブチル、ジエチルアゼレート、イソステアリルラクテート、トリオクチルシトロート)、アニリン誘導体(例、N,N-ジブチル-2-ブトキシ-5-tert-オクチルアニリンなど)、塩素化パラフィン(例、塩素含有量10乃至80重量%のパラフィン)、トリメシン酸エステル(例、トリメシン酸トリブチル)、ドデシルベンゼン、ジイソプロピルナフタレン、フェノール(例、2,4-ジ-tert-アミルフェノール、4-ドデシルオキシフェノール、4-(4-ドデシルオキシフェニルスルホニル)フェノール)およびカルボン酸(例、2-(2,4-ジ-tert-アミルフェノキシ酸、2-エトキシオクタンデカン酸)が含まれる。

【0072】二種類以上の高沸点有機溶媒を混合してもよい。高沸点有機溶媒の組み合わせの例には、トリクレジルホスフェートとジブチルフタレートとの組み合わせ、トリオクチルホスフェートとジ(2-エチルヘキシル)セバケートとの組み合わせおよびジブチルフタレートとポリ(N-tert-ブチルアクリルアミド)との組み合わせが含まれる。高沸点有機溶媒は、染料の重量の0.1倍乃至10倍の範囲の量で使用することが好ましく、0.5倍乃至4倍の範囲の量で使用することがさらに好ましい。

【0073】高沸点有機溶媒については、米国特許2,220,27号、同2,533,514号、同2,772,163号、同2,835,579号、同3,594,171号、同3,676,137号、同3,689,271号、同3,700,454号、同3,748,141号、同3,764,336号、同3,765,897号、同3,912,515号、同3,936,303号、同4,004,928号、同4,080,209号、同4,127,413号、同4,193,802号、同4,207,393号、同4,220,711号、同4,239,851号、同4,278,757号、同4,353,979号、同4,363,873号、同4,430,421号、同4,430,422号、同4,464,64号、同4,483,918号、同4,540,657号

号、同4684606号、同4728599号、同4745049号、同4935321号、同5013639号、欧洲特許276319A号、同286253A号、同289820A号、同309158A号、同309159A号、同309160A号、同509311A号、同510576A号、東独特許147009号、同157147号、同159573号、同225240A号、英國特許20911124A号の各明細書、および特開昭48-47335号、同50-26530号、同51-25133号、同51-26036号、同51-27921号、同51-27922号、同51-149028号、同52-46816号、同53-1520号、同53-1521号、同53-15127号、同53-146622号、同54-91325号、同54-106228号、同54-118246号、同55-59464号、同56-64333号、同56-81836号、同59-204041号、同61-84641号、同62-118345号、同62-247364号、同63-167357号、同63-214744号、同63-301941号、同64-9452号、同64-9454号、同64-68745号、特開平1-101543号、同1-102454号、同2-792号、同2-4239号、同2-43541号、同4-29237号、同4-30165号、同4-232946号、同4-346338号の各公報に記載がある。

【0074】低沸点有機溶媒を、高沸点有機溶媒と併用してもよい。低沸点有機溶媒は、常圧での沸点が30℃以上、150℃以下の有機溶媒である。低沸点有機溶媒の例には、エステル（例、エチルアセテート、ブチルアセテート、エチルプロピオネート、β-エトキシエチルアセテート、メチルセロソルブアセテート）、アルコール（例、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、セカンダリーブチルアルコール）、ケトン（例、メチルイソブチルケトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサン）、アミド（例、ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン）およびエーテル（例、テトラヒドロフラン、ジオキサン）が含まれる。

【0075】インク組成物は、染料を高沸点有機溶媒に溶解して得た油相を、水性溶媒（水相）に乳化して調製する。油相または水相に、必要に応じて、界面活性剤、潤滑剤、染料安定化剤、乳化安定剤、防腐剤、防黴剤のような添加剤を加えることができる。乳化法としては、水相中に油相を添加する方法が一般的である。ただし、油相中に水相を滴下してから転相する転相乳化法を採用してもよい。

【0076】乳化において界面活性剤を用いることができる。アニオン界面活性剤またはノニオン界面活性剤が好ましい。アニオン界面活性剤の例には、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスル

ホコハク酸塩、アルキルリン酸エステル塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物およびポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩が含まれる。ノニオン界面活性剤の例には、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステルおよびオキシエチレンオキシプロピレンブロックコポリマーが含まれる。また、アセチレン系ポリオキシエチレンオキシド界面活性剤（市販品としては、SURFY NOLS、Air Products & Chemicals社製）を用いてもよい。アミンオキシド型の両性界面活性剤（例、N,N-ジメチル-N-アルキルアミンオキシド）を用いることもできる。界面活性剤については、特開昭59-157636号公報（37~38頁）およびリサーチ・ディスクロージャーNo. 308119（1989年）に記載がある。

【0077】界面活性剤に加えて、水溶性ポリマーを水相に添加してもよい。水溶性ポリマーは、乳化物を安定化する機能がある。水溶性ポリマーの例には、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンオキサイド、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミドおよびこれらのコポリマーが含まれる。また、多糖類（例、デンプン）やタンパク質（例、カゼイン、ゼラチン）のような天然水溶性ポリマーを用いてもよい。

【0078】また、分散型（自己乳化型）ポリマーを添加してもよい。分散型ポリマーも、乳化物を安定化する機能がある。分散型ポリマーは、さらに、イオン解離型、非イオン性分散性基含有型および混合型に分類できる。イオン解離型のポリマーの例には、カチオン性の解離基（例、三級アミノ）を有するポリマーおよびアニオン性の解離基（例、カルボキシル、スルホ）を有するポリマーが含まれる。非イオン性分散性基含有型のポリマーの例には、非イオン性分散性基（例、ポリエチレンオキシ基）を有するポリマーが含まれる。アニオン性の解離性基を有するイオン解離型のポリマー、非イオン性分散性基含有型のポリマー、およびこれらの混合型のポリマーが好ましい。分散型ポリマーの使用量は、高沸点有機溶媒の0.1乃至20重量%であることが好ましく、0.1乃至10重量%であることがさらに好ましい。

【0079】乳化物中の油滴の体積平均粒子サイズは、100nm以下であることが好ましく、5乃至100nmであることがさらに好ましく、30乃至80nmであることが最も好ましい。体積平均粒子サイズは、公知の方法で測定できる。例えば、インク組成物中の染料濃度が0.1~1重量%の範囲になるように蒸留水で希釈して、市販の体積平均サイズ測定機（マイクロトラックUPA、日機装（株）製）を用いて容易に測定できる。ま

た、インク $1 \mu l$ 中に含まれるサイズが $5 \mu m$ 以上の油滴の数を、10個以下に抑制することが好ましい。また、インク $1 \mu l$ 中に含まれるサイズが $1 \mu m$ 以上の油滴の数を、1000個以下に抑制することが好ましい。粗大な油滴は、遠心分離法や精密濾過法で除去することができる。粗大な油滴は、乳化物の調製直後からインクカートリッジに充填する直前までの任意の時期に実施できる。機械的な乳化装置を使用すると、油滴の平均サイズを小さくし、かつ粗大な油滴を減少させることができる。

【0080】乳化は、スターラー攪拌装置、インペラーワンモーター攪拌装置、オンライン攪拌装置、ミル（例、コロイドミル）、超音波攪拌装置あるいは高圧ホモジナイザーを使用して実施できる。高圧ホモジナイザーの使用が好ましい。高圧ホモジナイザーについては、米国特許4533254号明細書および特開平6-47264号公報に記載がある。市販の高圧ホモジナイザー（例、ゴーリンホモジナイザー、A. P. V GAULIN INC. 製；マイクロフルイダイザー、MICROFLUIDEX INC. 製；アルティマイザー、株式会社スギノマシン製）を用いてもよい。超高压ジェット流を利用する高圧ホモジナイザー（米国特許5720551号明細書記載）を用いることが特に好ましい。超高压ジェット流を用いた市販の乳化装置（DeBEE2000、BEE INTERNATIONAL LTD. 社製）を用いることもできる。

【0081】高圧乳化分散装置で乳化する際の圧力は、500bar以上であることが好ましく、600bar以上であることがさらに好ましく、1800bar以上であることが最も好ましい。二種以上の乳化装置を併用してもよい。攪拌装置で乳化した後、高圧ホモジナイザーでの乳化を実施することが特に好ましい。攪拌装置での乳化と、高圧ホモジナイザーでの乳化との間に、湿潤剤や界面活性剤のような添加剤を加えてもよい。油相が、高沸点有機溶媒に加えて低沸点有機溶媒を含む場合、乳化後に低沸点溶媒を除去することが好ましい。低沸点溶媒は、加熱蒸発、真空蒸発あるいは限外濾過により除去できる。低沸点有機溶剤の除去は、なるべく乳化直後に実施することが好ましい。

【0082】乾燥防止剤、浸透促進剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、粘度調整剤、表面張力調整剤、乳化剤、乳化安定剤、防黴剤、防錆剤、pH調整剤、消泡剤あるいはキレート剤をインクジェット用インクに添加することができる。

【0083】乾燥防止剤として、水より蒸気圧が低い水溶性有機溶剤を用いることが好ましい。水溶性有機溶剤の例には、多価アルコール（例、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、チオジグリコール、ジチオジグリコール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、1,

2, 6-ヘキサントリオール、アセチレングリコール誘導体、グリセリン、トリメチロールプロパン）、多価アルコールの低級アルキルエーテル（例、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル）複素環化合物（例、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、N-エチルモルホリン）、含硫黄化合物（例、スルホラン、ジメチルスルホキシド、3-スルホレン）、多官能化合物（例、ジアセトンアルコール、ジエタノールアミン）および尿素誘導体が含まれる。多価アルコールが特に好ましい。二種類以上の乾燥防止剤を併用してもよい。インクジェット用インクは、乾燥防止剤を10乃至50重量%の範囲で含むことが好ましい。

【0084】浸透促進剤としては、アルコール（例、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、1,2-ヘキサンジオール）、硫酸エステル塩（例、ラウリル硫酸ナトリウム）、脂肪酸塩（例、オレイン酸ナトリウム）またはノニオン性界面活性剤を用いることができる。インクジェット用インクは、浸透促進剤を10乃至30重量%の範囲で含むことが好ましい。

【0085】紫外線吸収剤としては、ベンゾトリアゾール化合物（特開昭58-185677号、同61-190537号、特開平2-782号、同5-197075号、同9-34057号の各公報記載）、ベンゾフェノン化合物（特開昭46-2784号、特開平5-194483号の各公報、米国特許3214463号明細書記載）、桂皮酸化合物（特公昭48-30492号、同56-21141号、特開平10-88106号の各公報記載）またはトリアジン化合物（特開平4-298503号、同8-53427号、同8-239368号、同10-182621号、特表平8-501291号の各公報記載）を用いることができる。紫外線吸収剤については、リサーチディスクロージャーNo. 24239号にも記載がある。また、紫外線を吸収して蛍光を発する蛍光増白剤を用いてもよい。そのような蛍光増白剤の例には、スチルベン化合物およびベンズオキサゾール化合物が含まれる。

【0086】酸化防止剤としては、褪色防止剤として知られている有機化合物または金属錯体化合物を使用することができる。有機褪色防止剤には、ハイドロキノン化合物、アルコキシフェノール化合物、ジアルコキシフェノール化合物、フェノール化合物、アニリン化合物、アミン化合物、インダン化合物、クロマン化合物、アルコキシアニリン化合物およびヘテロ環化合物が含まれる。

金属錯体褪色防止剤には、ニッケル錯体および亜鉛錯体が含まれる。酸化防止剤については、リサーチディスクロージャーNo. 17643の第VIIのIないしJ項、同No. 15162、同No. 18716の650頁左欄、同No. 36544の527頁、同No. 307105の872頁、同No. 15162、特開昭62-215272号公報(127頁~137頁)に記載がある。

【0087】防黴剤としては、デヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ナトリウムピリジンチオニ-1-オキシド、p-ヒドロキシ安息香酸エチルエスチル、1, 2-ベンズイソチアゾリン-3-オンまたはその塩を用いることができる。インクジェット用インクは、防黴剤を0.02乃至1.00重量%の範囲で含むことが好ましい。

【0088】pH調整剤としては、アルカリ金属水酸化物(例、水酸化リチウム、水酸化カリウム)、炭酸塩(例、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム)、カルボン酸塩(例、酢酸カリウム)、無機塩(例、ケイ酸ナトリウム、リン酸二ナトリウム)または有機塩基(例、N-メチルジエタノールアミン、トリエタノールアミン)を用いることができる。インクジェット用インクは、pHを6乃至10に調整するが好ましく、7乃至10に調整するがさらに好ましい。インクジェット用インクの粘度は、30mPa·s以下であるが好ましく、20mPa·s以下であるがさらに好ましい。

【0089】乳化剤または乳化安定剤として、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤を用いることができる。消泡剤として、フッ素化合物、シリコーン化合物やキレート剤(例、EDTA)を使用することができる。添加剤は、油相、水相または乳化後の乳化物に添加する。通常は、添加剤を乳化後の乳化物に添加する。

【0090】インクジェット記録方法に用いる受像材料には、普通紙、樹脂コート紙、インクジェット専用紙(特開昭62-238783号、特開平2-276670号、同7-276789号、同8-169172号、同8-27693号、同9-323475号、同10-153989号、同10-217473号、同10-217597号、同10-235995号、同10-337947号の各公報記載)、フィルム、電子写真共用紙、布帛、ガラス、金属および陶磁器が含まれる。

【0091】受像材料の支持体は、紙であることが好ましい。紙支持体は、化学パルプ(例、LBKP、NBKP)、機械パルプ(例、GP、PGW、RMP、TM P、CTMP、CMP、CGP)あるいは古紙パルプ(DIP)を用い、必要に応じて添加剤(例、顔料、バインダー、サイズ剤、定着剤、カチオン剤、紙力増強剤)を混合して、抄紙装置(例、長網抄紙機、円網抄紙機)から製造できる。合成紙またはプラスチックフィル

ムを支持体として用いてもよい。支持体の厚さは、10乃至250μmであることが好ましい。紙支持体の坪量は、10乃至250g/m²であることが好ましい。支持体上に受像層を設けることが好ましく、白色無機顔料粒子を含有する受像層を設けることがさらに好ましい。また、支持体にバックコート層を設けてもよい。紙支持体をサイズプレスしてから、受像層またはバックコート層を設けてもよい。サイズプレスは、親水性ポリマー(例、デンプン、ポリビニルアルコール)を用いて実施する。支持体と受像層またはバックコート層との間に、アンカーコート層を設けてもよい。

【0092】紙支持体をカレンダー処理して、表面を平坦にしてから、上記の各層を設けてもよい。カレンダー処理は、カレンダー装置(例、マシンカレンダー、TGカレンダー、ソフトカレンダー)を用いて実施できる。両面をポリオレフィン(例、ポリエチレン、ポリスチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリブテン、それらのコポリマー)でラミネートした紙またはプラスチックフィルムも、支持体として好ましく用いられる。ポリオレフィン中に、白色顔料(例、酸化チタン、酸化亜鉛)または色味付け染料(例、コバルトブルー、群青、酸化ネオジウム)を添加することができる。

【0093】受像層は、一般に、顔料および水性バインダーを含む。顔料としては、白色顔料が好ましく、無機白色顔料が特に好ましい。無機白色顔料の例には、炭酸カルシウム、カオリン、タルク、クレー、珪藻土、合成非晶質シリカ、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム、珪酸カルシウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、リトボン、ゼオライト、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、二酸化チタン、硫化亜鉛および炭酸亜鉛が含まれる。無機白色顔料は、多孔性であることが好ましい。細孔面積が大きい合成非晶質シリカが、好ましく用いられる。合成非晶質シリカとしては、乾式製造法によって得られる無水珪酸および湿式製造法によって得られる含水珪酸を使用できる。含水珪酸が特に好ましい。有機白色顔料を無機白色顔料と併用してもよい。有機白色顔料の例には、スチレン系顔料、アクリル系顔料、尿素樹脂およびメラミン樹脂が含まれる。

【0094】受像層の水性バインダーとしては、水溶性ポリマー(例、ポリビニルアルコール、シラノール変性ポリビニルアルコール、デンプン、カチオン化デンプン、カゼイン、ゼラチン、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルピロリドン、ポリアルキレンオキサイド、ポリアルキレンオキサイド誘導体)または水分散性ポリマー(例、スチレンブタジエンラテックス、アクリルエマルジョン)を用いることができる。ポリビニルアルコールおよびシラノール変性ポリビニルアルコールが好ましい。二種類以上の水性バインダーを併用してもよい。受像層は、顔料および水性バインダーに加えて、媒染剤、耐水化剤、耐光性向

上剤および界面活性剤を添加することができる。

【0095】受像層に添加する媒染剤は、不動化されていることが好ましい。そのためには、ポリマー媒染剤を用いることが好ましい。ポリマー媒染剤については、特開昭48-28325号、同54-74430号、同54-124726号、同55-22766号、同55-142339号、同60-23850号、同60-23851号、同60-23852号、同60-23853号、同60-57836号、同60-60643号、同60-118834号、同60-122940号、同60-122941号、同60-122942号、同60-235134号、特開平1-161236号の各公報、および米国特許2484430号、同2548564号、同3148061号、同3309690号、同4115124号、同4124386号、同4193800号、同4273853号、同4282305号、同4450224号の各明細書に記載がある。特開平1-161236号公報(212~215頁)に記載のポリマー媒染剤が特に好ましい。同公報記載のポリマー媒染剤を用いると、優れた画質の画像が得られ、かつ画像の耐光性が改善される。

【0096】耐水化剤としては、カチオン樹脂を用いることが好ましい。カチオン樹脂の例には、ポリアミドポリアミンエピクロルヒドリン、ポリエチレンイミン、ポリアミンスルホン、ジメチルジアリルアンモニウムクロライド重合物、カチオンポリアクリルアミドおよびコロイダルシリカが含まれる。ポリアミドポリアミンエピクロルヒドリンが特に好ましい。カチオン樹脂は、受像層の全固形分の1乃至15重量%の範囲で用いることが好ましく、3乃至10重量%の範囲で用いることがさらに好ましい。耐光性向上剤としては、硫酸亜鉛、酸化亜鉛、ヒンダーアミン系酸化防止剤あるいはベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤(例、ベンゾフェノン)を用いることができる。硫酸亜鉛が特に好ましい。界面活性剤は、塗布助剤、剥離性改良剤、スペリ性改良剤あるいは帯電防止剤として機能する。界面活性剤については、特開昭62-173463号、同62-183457号の各公報に記載がある。界面活性剤の代わりに有機フルオロ化合物を用いてもよい。有機フルオロ化合物は、疎水性であることが好ましい。有機フルオロ化合物の例には、フッ素系界面活性剤、オイル状フッ素系化合物

(例、フッ素油)および固体状フッ素化合物樹脂(例、四フッ化エチレン樹脂)が含まれる。有機フルオロ化合物については、特公昭57-9053号(第8~17欄)、特開昭61-20994号、同62-135826号の各公報に記載がある。受像層には、さらに、顔料分散剤、増粘剤、消泡剤、染料、蛍光増白剤、防腐剤、pH調整剤、マット剤あるいは硬膜剤を添加してもよい。二層以上の受像層を設けてもよい。

【0097】バックコート層には、白色顔料あるいは水

性バインダーを添加できる。白色無機顔料の例には、軽質炭酸カルシウム、重質炭酸カルシウム、カオリン、タルク、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二酸化チタン、酸化亜鉛、硫化亜鉛、炭酸亜鉛、サテンホワイト、珪酸アルミニウム、珪藻土、珪酸カルシウム、珪酸マグネシウム、合成非晶質シリカ、コロイダルシリカ、コロイダルアルミナ、擬ペーマイト、水酸化アルミニウム、アルミナ、リトボン、ゼオライト、加水ハロイサイト、炭酸マグネシウムおよび水酸化マグネシウムが含まれる。有機白色顔料の例には、スチレン系顔料、アクリル系顔料、ポリエチレン顔料、マイクロカプセル顔料、尿素樹脂およびメラミン樹脂が含まれる。水性バインダーとしては、水溶性ポリマーまたは分散性ポリマーが用いられる。水溶性ポリマーの例には、ポリスチレン、ポリマレイン酸塩、ポリアクリル酸塩、ポリビニルアルコール、シラノール変性ポリビニルアルコール、デンプン、カチオン化デンプン、カゼイン、ゼラチン、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースおよびポリビニルピロリドンが含まれる。これらのコポリマー(例、スチレン/マレイン酸塩コポリマー、スチレン/アクリル酸塩コポリマー)を用いてもよい。分散性ポリマーの例には、スチレンブタジエンラテックスおよびアクリルエマルジョンが含まれる。バックコート層は、さらに、消泡剤、抑泡剤、染料、蛍光増白剤、防腐剤あるいは耐水化剤を含むことができる。

【0098】受像材料を構成する層に、ポリマーラテックスを添加してもよい。ポリマーラテックスは、寸度安定化、カール防止、接着防止、膜のひび割れ防止のような膜物性改良の目的で使用される。ポリマーラテックスについては、特開昭62-245258号、同62-1316648号、同62-110066号の各公報に記載がある。ガラス転移温度が低い(40°C以下の)ポリマーラテックスを媒染剤を含む層に添加すると、層のひび割れやカールを防止することができる。また、ガラス転移温度が高いポリマーラテックスをバック層に添加しても、カールを防止できる。

【0099】インクジェットの記録方法は、公知の方式に従い実施できる。インクジェット方式には、静電誘引力を利用してインクを吐出させる電荷制御方式、ピエゾ素子の振動圧力を利用するドロップオンデマンド方式(圧力パルス方式)、電気信号を音響ビームに変えインクに照射して放射圧を利用してインクを吐出させる音響インクジェット方式、およびインクを加熱して気泡を形成し、生じた圧力を利用するサーマルインクジェット方式がある。インクジェット記録方式には、フォトインクと称する濃度の低いインクを小さい体積で多数射出する方式、実質的に同じ色相で濃度の異なる複数のインクを用いて画質を改良する方式、あるいは無色透明のインクを用いる方式も含まれる。

【0100】

【実施例】【実施例1】

(インクセット101の作製) 染料 (A-1、前記M-6と同じ) 8 g および界面活性剤 ((II)-3) 5 g を、高沸点有機溶媒 (s-1) 6 g、高沸点有機溶媒 (s-2) 10 g および酢酸エチル 500 ml 中に、70 ℃にて溶解した。溶液中に 500 ml の脱イオン水をマグネチックスターラーで攪拌しながら添加し、水中油滴型の乳化物を作製した。乳化物を、600 bar の圧力で高圧ホモジナイザー (マイクロフルイダイザー、MICROFLUIDEX INC. 製) を5回通過させることで、さらに微細に乳化した。乳化物をロータリーエバポレーターにて酢酸エチルの臭気が無くなるまで、脱低沸点溶媒処理を行った。乳化物を、マイクロフルイダイザー (MICROFLUIDEX INC) にて 600 bar の圧力で5回通過させることで微粒子化を行った。更に出来上がった乳化物をロータリーエバポレーターにて酢酸エチルの臭気が無くなるまで脱溶媒を行った。得られた微細乳化物に、ジエチレングリコール 140 g、グリセリン 64 g、界面活性剤 ((I)-2) 7 g、尿素および表1に示す添加剤を加えた後、脱イオン水 900 ml を加え、10モル/リットルの水酸化カリウム水溶液でpHを9に調整することにより、表1に記載のライトマゼンタインクを作製した。得られたインク中の油滴の体積平均サイズを測定機 (マイクロトラック)*

表1 インクセット101

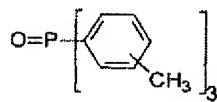
	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	A-1 5.00g/l	A-1 20.0	A-2 9.3	A-2 37.2	A-3 27.2	A-1 10.0 A-2 18.6 A-3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.6 53.8
界面活性剤	((II)-3 6.25	((II)-3 25.0	((II)-3 11.6	((II)-3 46.4	((II)-3 34.0	((II)-3 52.7
ジエチレングリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 グリセリン	48.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
界面活性剤	((I)-2 5.5	((I)-2 5.5	((I)-2 5.5	((I)-2 5.5	((I)-2 5.5	((I)-2 5.5
トリオキソアミン ヘンザミリゾーム	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.076	7.5 0.075
Proxel XL2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
脱イオン水を加え1リッターとする。						
表面張力	36mN/m	31	33	26	29	24
動的表面張力	38mN/m	33	36	28	31	26

* UPA、日機装(株)製で測定したところ、51 nm であった。

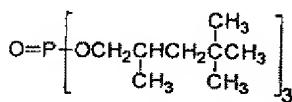
【0101】

【化23】

S-1



S-2

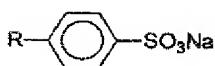


【0102】使用する染料、高沸点有機溶剤および界面活性剤を表1に示すように変更して、マゼンタインク、ライトシアンインク、シアンインク、イエローインク、20 ブラックインクを作成した。このようにして、インクセット101を作製した。

【0103】

【表1】

W-1



R=12.6

【0105】(インクセット-102~105の作製)

界面活性剤の種類および量を表2~5に示すように変更*

表2 インクセット102

*して、インクセット102~105を作成した。さらに、表6に記載の処方からなる比較用のインクセット106を作成した。

【0106】

【表2】

	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	A-1 5.00g/l	A-1 20.0	A-2 9.3	A-2 37.2	A-3 27.2	A-1 10.0 A-2 18.6 A-3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.0 53.8
界面活性剤	(II)-3 6.25	(II)-3 25.0	(II)-3 11.6	(II)-3 46.4	(II)-3 34.0	(II)-3 52.7
ジエチレンクリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 クリヤン	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
界面活性剤	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5
トリエタノールアミン ペニグリトリアミン	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075
Proxe7 XL2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
脱イオン水を加え1リッターとする。						
表面張力	34mN/m	29	32	24	27	23
動的表面張力	36mN/m	31	34	26	30	25

【0107】

【表3】

49
表3 インクセット103

	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	A-1 5.00g/l	A-1 20.0	A-2 9.3	A-2 37.2	A-3 27.2	A-1 10.0 A-2 18.6 A-3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.6 53.8
界面活性剤	(II)-1 6.25	(II)-1 25.0	(II)-1 11.6	(II)-1 46.4	(II)-1 34.0	(II)-1 52.7
ジエチレングリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 グリセリン	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
界面活性剤	(I)-2 2.5 (I)-1 3.0	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5
トリエタノールアミン ヘンツトリゾーム	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075
Proxel XL2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
脱イオン水を加え1リッターとする。						
表面張力	40mN/m	38	39	31	33	30
動的表面張力	42mN/m	38	41	33	35	31

【0108】

* * 【表4】

表4 インクセット104

	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	A-1 5.00g/l	A-1 20.0	A-2 9.3	A-2 37.2	A-3 27.2	A-1 10.0 A-2 18.6 A-3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.6 53.8
界面活性剤	(II)-1 5.5 (II)-3 6.25	(I)-1 5.5 (II)-3 25.0	(I)-1 5.5 (II)-3 11.6	(I)-1 5.5 (II)-3 46.4	(I)-1 5.5 (II)-3 34.0	(I)-1 5.5 (II)-3 52.7
ジエチレングリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 グリセリン	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
トリエタノールアミン ヘンツトリゾーム	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075
Proxel XL2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
脱イオン水を加え1リッターとする。						
表面張力	38mN/m	32	35	28	30	25
動的表面張力	40mN/m	34	38	30	33	27

【0109】

【表5】

51
表5 インクセット105

	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	2.1 5.00g/l	5.1 20.0	8.2 9.3	11.2 37.2	14.3 27.2	17.1 10.0 18.2 18.6 19.3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.6 53.8
界面活性剤	(II)-3 6.25	(II)-3 25.0	(II)-3 11.6	(II)-3 46.4	(II)-1 34.0	(II)-1 52.7
ジエタノケーリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 グリセリン	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
界面活性剤	(I)-2 5.5	(I)-1 5.5	(I)-1 5.5	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5	(I)-2 5.5
トリエタノールアミン ベニントリアゾール	7.5 3.07 5	7.5 6.07 5	7.5 9.07 5	7.5 12.07 5	7.5 15.07 5	7.5 20.075
Proxel XL2	4.5	7.5	10.5	13.5	16.5	21.5

脱イオン水を加え1リッターとする。

表面張力	36mN/m	29	32	26	33	30
動的表面張力	38mN/m	31	34	28	35	31

【0110】

水 * [表6]

表6 インクセット106

	ライトマゼンタ	マゼンタ	ライトシアン	シアン	イエロー	ブラック
染料	A-1 5.00g/l	A-1 20.0	A-2 9.3	A-2 37.2	A-3 27.2	A-1 10.0 A-2 18.8 A-3 13.6
高沸点有機溶媒	S-1 3.63 S-2 6.38	14.52 25.52	6.75 11.9	27.0 47.6	19.74 34.7	30.6 53.8
界面活性剤	W-1 6.25	W-1 25.0	W-1 11.6	W-1 46.4	W-1 34.0	W-1 52.7
ジエタノケーリコール	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0	110.0
尿素 グリセリン	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0	46.0 50.0
トリエタノールアミン ベニントリアゾール	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075	7.5 0.075
Proxel XL2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

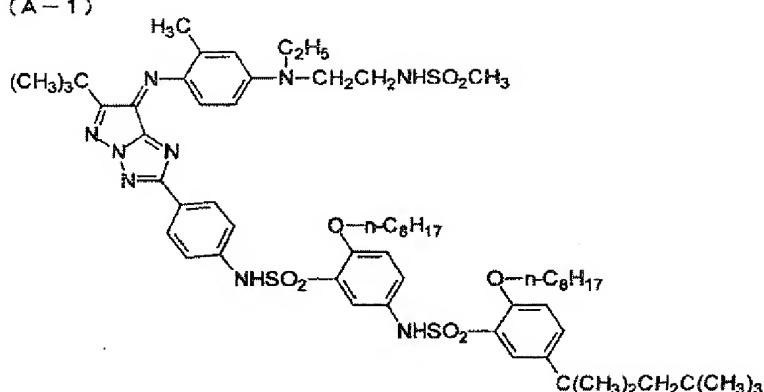
脱イオン水を加え1リッターとする。

表面張力	53mN/m	54	50	52	51	48
動的表面張力	55mN/m	56	51	54	53	51

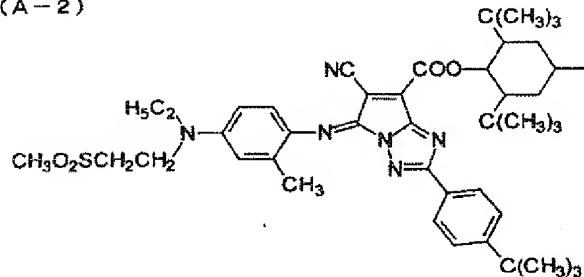
【0111】

50 【化25】

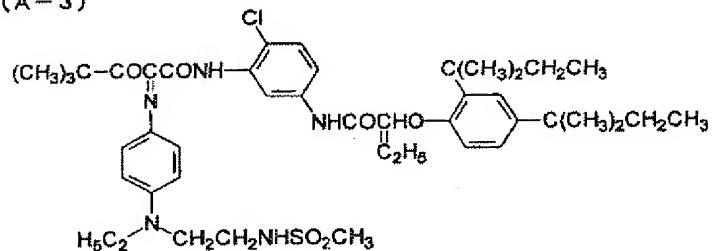
(A-1)



(A-2)



(A-3)



【0112】作成したインクセットの静的表面張力を、自動表面張力計（CBVP-A3型、協和界面科学（株）製）を用いて25℃で測定した。また、動的表面張力を、自動動的表面張力計（BP-D3型、協和界面科学株式会社）を用いて25℃で測定した。結果を表1～6に示す。

【0113】インクセット101～106を、インクジェットプリンター（PM670C、エプソン（株）製）のカートリッジに詰め、インクジェットペーパーフォト光沢紙（EX、富士写真フィルム（株）製）に画像を印刷して、以下の評価を行った。印刷性能（1）カートリッジをプリンターにセットし全ノズルからのインクの突出を確認した後、A4 20枚出力し、印字の乱れを評価した。

A：印刷開始から終了まで印字の乱れ無し

B：印字の乱れのある出力が発生する

C：印刷開始から終了まで印字の乱れあり

印刷性能（2）カートリッジを60にて2日放置した後、印刷性能（1）と同様の方法にて印字の乱れを評価

した。

【0114】乾燥性は印刷直後に、指で触ったときの汚れを目視にて評価した。細線の滲みについては、イエロー、マゼンタ、シアンおよびブラックの細線パターンを印字し目視にて評価を行った。ブラックについてはマゼンタインクをベタに印字した後、ブラックの細線を印字し、2色の接触による滲みの評価も行った。さらにインクセットについて起泡試験を行った。インク50mlを内径50mmの円筒容器に入れ、90cmの高さからインク200mlを30秒間に滴下し、滴下直後および5分後の泡の高さを測定した。

【0115】以上の結果を表7に示す。インクセット101～105は、印刷時、高濃度、ノズルの目詰まりに起因するスジの発生が少なく、かつ擦過性、耐水性に優れていた。また、消泡性も優れ、分散性インクの場合ネックになるインク経時安定性も優れていた。特に高圧乳化機を用い600bar以上の高圧で乳化したインクが、印刷濃度、スジの評価、インクの経時安定性に優れていた。

【0116】

* * 【表7】

インクセット	101 (本発明)	102 (本発明)	103 (本発明)	104 (本発明)	105 (本発明)	106 (比較例)
印刷性能①	A	A	A	A	A	B
印刷性能②	A	A	A	A	A	C
乾燥性	○	○	○	○	○	△
滲み	○	○	○	○	○	×
泡高さ(直後)	10mm	15	20	15	18	50
〃(5分後)	1mm	1	2	1	2	15

【0117】【実施例2】実施例1で作製した同じインクを、別のインクジェットプリンター(BJ-F850、キャノン(株)製)のカートリッジに詰め、インクジェットペーパーフォト光沢紙(EX、富士写真フィルム(株)製)に画像をプリントした。実施例1と同様な評価を行ったところ、実施例1と同様な結果が得られた。

【0118】

10

【発明の効果】本発明によれば、取り扱い性、臭気、安全性に優れた水性インクにおいて、耐水性と耐光性を両立させた油溶性染料の水性分散インクを用い、このインクの従来の欠点を解消することができる。すなわち、写真画質用紙へ記録した際のインクの浸透性を改良することで、記録濃度を高めて記録画質を向上させると同時に印字直後の汚れを解消することができる。